



中华人民共和国海洋行业标准

HY/T 150—2013

海水中有机碳的测定 非色散红外吸收法

Determination of organic carbon in sea water
by nondispersive infrared absorption spectrometry

2013-04-25 发布

2013-05-01 实施

国 家 海 洋 局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家海洋局南海环境监测中心提出。

本标准由全国海洋标准化技术委员会(SAC/TC 283)负责归口。

本标准起草单位:国家海洋局南海环境监测中心。

本标准主要起草人:连忠廉、何晓媛、刘景钦、倪志鑫、辛海虹、张纯超、黄楚光、方宏达、蔡伟叙、曲念东。

海水中有机碳的测定

非色散红外吸收法

1 范围

本标准规定了非色散红外吸收法测定海水中总有机碳、溶解态有机碳、颗粒态有机碳的方法。

本标准适用于海水中总有机碳、溶解态有机碳和颗粒态有机碳的测定。总有机碳和溶解态有机碳的检出限为 0.02 mg/L,颗粒态有机碳检出限为 0.006 mg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管
GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分:样品采集、贮存与运输
GB 17378.4 海洋监测规范 第4部分:海水分析

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

总有机碳 total organic carbon; TOC

单位体积海水所含有机物中碳的含量。

3.2

溶解态有机碳 dissolvable organic carbon; DOC

通过孔径 0.45 μm 滤膜的海水中所含的有机碳。

3.3

不可吹扫有机碳 non-purgeable organic carbon; NPOC

海水在酸化和吹扫/鼓泡去除无机碳后所含有机物中碳的含量。

3.4

颗粒态有机碳 particulate organic carbon; POC

通过孔径 0.45 μm 滤膜过滤海水时,留在滤膜上的有机碳。

4 方法原理

总有机碳(以下简称 TOC)采用以下两种方法测定:

——总碳-无机碳(TC-IC)法:水样被导入总碳(以下简称 TC)燃烧管中,通入高纯氧气将样品中含碳物质氧化为 CO_2 后,经非色散红外检测器检测,测定水样中 TC 含量。将同一水样经磷酸溶液(5.8)酸化,于常温下将样品中无机碳酸盐酸化生成 CO_2 ,经非色散红外检测器检测,测

定水样中无机碳(以下简称 IC)含量。TC 减去 IC 即得水样中 TOC 含量;

——不可吹有机碳(以下简称 NPOC)法:用盐酸溶液(5.7)先酸化水样,然后通高纯氧气鼓泡 3 min~5 min 除去 IC,测定水样中 TOC 含量。此方法宜用于 IC 含量比 TOC 含量大于 3 倍的样品。

溶解态有机碳(以下简称 DOC),先将水样用玻璃纤维滤膜过滤,滤液中 TOC 含量即为水样中 DOC 的含量。

颗粒态有机碳(以下简称 POC),将水样经玻璃纤维滤膜过滤后的滤膜在 65 °C 下干燥至恒重,经浓盐酸熏蒸 12 h,再于 65 °C 下干燥至恒重后,高温燃烧,将样品中的含碳物质氧化为 CO₂,经非色散红外检测器检测,测定水样中 POC 含量。

5 试剂与材料

除非另有规定,本标准仅使用确认的分析纯试剂;所用水为二次去离子水或等效纯水(25 °C 下电导率小于 2×10^{-5} S/m)。

5.1 碳酸钠(Na₂CO₃)。

分析纯或以上级别纯度,使用前预先在 280 °C 干燥 1 h,在干燥皿中冷却至室温。

5.2 碳酸氢钠(NaHCO₃)。

分析纯或以上级别纯度,使用前置于装有无水硫酸钠(5.4)的干燥器中干燥 2 h。

5.3 邻苯二甲酸氢钾(C₈H₅KO₄)。

分析纯或以上级别纯度,预先在 115 °C 下干燥 2 h。

5.4 无水硫酸钠(Na₂SO₄)。

5.5 氯化汞(HgCl₂)。

5.6 葡萄糖(C₆H₁₂O₆)。

分析纯或以上级别纯度,应先在 60 °C~80 °C 烘干 2 h~3 h,再升温至 105 °C,干燥 1 h 以上,在干燥皿中冷却至室温,备用。

5.7 盐酸溶液(2 mol/L)。

量取 166 mL 盐酸($\rho=1.19$ g/mL,优级纯)加水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.8 磷酸溶液(25%)。

分析纯或以上级别纯度的磷酸与水按体积比例 1:3 配制(IC 反应液)。

5.9 TC 标准储备溶液(1 000 mg/L)。

准确称取 2.125 0 g 邻苯二甲酸氢钾(5.3),用水溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,混匀,冷藏保存,有效期 6 个月。

5.10 IC 标准储备溶液(1 000 mg/L)。

准确称取 4.410 0 g 碳酸钠(5.1)和 3.500 0 g 碳酸氢钠(5.2),用水溶解并转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,混匀,冷藏保存,有效期 6 个月。

5.11 TC 标准系列溶液。

分别移取 0、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL TC 标准储备溶液(5.9)于 6 个 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。该标准系列溶液中 TC 浓度分别为 0、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L、8.00 mg/L,使用时现配。

5.12 IC 标准系列溶液。

分别移取 0、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL IC 标准储备溶液(5.10)于 6 个 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。该标准系列溶液中 IC 浓度分别为 0、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L、8.00 mg/L,使用时现配。

5.13 高纯氧气(纯度:99.999 5%)。

5.14 滤膜:玻璃纤维滤膜。

6 仪器与设备

- 6.1 总有机碳分析仪,具有非色散红外检测器。
- 6.2 天平,精确至 0.1 mg。
- 6.3 采样瓶:棕色玻璃瓶。
- 6.4 棕色容量瓶:250 mL、1 000 mL,GB/T 12806 A 类。
- 6.5 一般实验室常备仪器及设备。

7 采样与保存

7.1 采样

应按 GB 17378.3 和 GB 17378.4 的规定采样。采样前用现场海水冲洗采样瓶两遍,样品采集完后迅速盖上瓶盖。

7.2 保存方法

水样采集后应在 24 h 内完成分析。如超过 24 h,采用以下方法保存:

- 按 GB 17378.4 的规定于每 20 mL 水样加入 3~4 粒 HgCl_2 固定水样,然后摇晃样品瓶至溶解为止(80 次左右);
- 将采集到样品的样品瓶立即于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下冷冻保存;
- 测定 POC 的水样,应现场经玻璃纤维滤膜过滤,滤膜于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下冷冻保存。

8 分析步骤

8.1 绘制工作曲线

TOC 和 DOC 工作曲线:调试仪器至稳定,依次注入浓度为 0、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L、8.00 mg/L TC 标准系列溶液(5.11),仪器绘制出 TC 工作曲线图。再注入浓度为 0、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L、8.00 mg/L IC 标准系列溶液(5.12),仪器绘制出 IC 工作曲线图。每个曲线工作点平行测定 2 次~3 次。标准曲线应进行零点回归处理。

POC 工作曲线:调试仪器至稳定,依次称取 2.0 mg、4.0 mg、8.0 mg、12.0 mg、16.0 mg 的葡萄糖(5.6)进行测定,仪器绘制 TC 工作曲线图,并加以保存。

8.2 样品测定

TOC 和 DOC 测定:待仪器稳定后,开始测定。仪器根据样品浓度自动选择进样体积。先测定样品的 TC 值,再测定样品的 IC 值。当 IC 含量超过 5 mg/L 时,宜采用 NPOC 法。对悬浮物含量较高的水样,充分摇匀后静置 30 min,取上清液测定。

POC 测定:待仪器稳定后,测定 GF/F 滤膜样品的 TC 值,由式(1)计算出水样中 POC 含量。

9 结果计算

将测得数据记入表 A.1 和表 A.2 中,由样品的吸光值计算出样品中有机碳量;以式(1)计算样品中有机碳浓度。

$$c = \frac{m}{V} \times 1\,000 \dots\dots\dots (1)$$

式中：
c —— 水样中有机碳浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
m —— 测得有机碳量，单位为毫克(mg)；
V —— TOC 和 DOC 为进样体积(mL)，POC 为过滤水样的体积。

10 精密度

5 个实验室对同一样品共进行 10 组比对试验($n=10$)，样品中碳含量为 2.51 mg/L，测定平均值为含碳量 2.46 mg/L，重复性相对标准偏差为 2.0%，再现性相对标准偏差为 2.7%。
同一实验室对未知水样平行测定 7 次，TOC、DOC、POC 测定平均值分别为 3.55 mg/L、3.44 mg/L、1.56 mg/L，TOC、DOC、POC 相对标准偏差均小于 2.0%。

11 注意事项

样品测定过程中应注意如下事项：
—— 测定下一个样品前，需用水对仪器管路清洗 2 次~3 次；
—— 所用玻璃器皿使用前应用硫酸—重铬酸钾洗液浸泡 24 h~48 h，用自来水冲洗后用水洗净，再经 450 ℃进行灼烧 5 h；
—— 测完含酸、碱、盐的样品后，应用水反复多次冲洗进样管。

附 录 A
(规范性附录)
记录表

表 A.1 给出了海水中总有机碳曲线记录表。
表 A.2 给出了海水中颗粒态有机碳曲线记录表。
表 A.3 给出了海水中有机碳分析记录表。

表 A.1 海水中总有机碳曲线记录表

(仪器法)

仪器型号_____测定日期_____年____月____日

室温：_____℃湿度：_____%

共____页
第____页

序号	TC 标准溶液体积 mL	TC 标准溶液浓度 mg/L	TC 峰面积	序号	TIC 标准溶液体积 mL	TIC 标准溶液浓度 mg/L	TIC 峰面积
1				1			
2				2			
3				3			
4				4			
5				5			
6				6			
7				7			
TC 标准使用液浓度		mg/L		TIC 标准使用液浓度		mg/L	
TC 进样体积		mL		TIC 进样体积		mL	
TC 工作曲线方程				TIC 工作曲线方程			
相关系数				相关系数			
备注：							

分析者_____计算者_____校对者_____

表 A.2 海水中颗粒态有机碳曲线记录表

(仪器法)

仪器型号_____测定日期_____年____月____日
室温：_____℃湿度：_____%共____页
第____页

序号	标准物质取样量 mg	含碳量 mg	测量峰面积
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
标准物质			
标准物质含碳量/%			
工作曲线方程			
相关系数			
备注：			

分析者_____计算者_____校对者_____

表 A.3 海水中有机碳分析记录表

(仪器法)

仪器型号_____测定日期_____年____月____日 共____页
室温:_____°C 湿度:_____ % 第____页

序号	站号	编号	过滤体积 mL	TC 峰面积	IC 峰面积	TOC mg/L	DOC mg/L	POC mg/L
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9								
10								
11								
12								
13								
14								
15								
16								
17								
18								
备注:								

分析者_____计算者_____校对者_____

中 华 人 民 共 和 国 海 洋
行 业 标 准
海水中有机碳的测定
非色散红外吸收法

HY/T 150—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 010-51780168

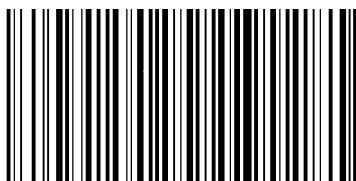
010-68522006

2013年6月第一版

*

书号: 155066·2-25493

版权专有 侵权必究



HY/T 150-2013